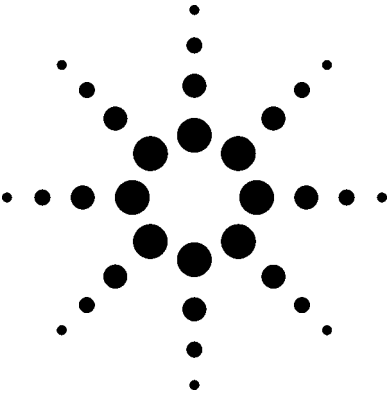


质谱仪电子轰击离子源与化学电离源的清洗和安装

技术概述

Charles Thomson, Max Ruemler, Mickey Freed, Dave Peterson and Harry Prest



引言

经过一段时间的操作，最终需要清洗气相色谱—质谱仪离子源。如果分析物信号有损失，发现已经无法通过维护气相色谱进样口和色谱柱来改善；或者在离子源调谐时发现校正离子峰峰形较差或者排斥极或电子倍增器电压升高，则说明离子源需要清洗。参考图1，显示了几个农残组分在离子源正确清洗前后的响应对比。

正确清洗和重新安装对于可靠稳定的分析操作而言至关重要，特别是化学电离源的重新安装。当今世界各

地实验室中存在各种不同的离子源清洗方法，某些方法比较推崇抛光成分、肥皂或腐蚀剂。此类方法通常应用范围很有限而且无法达到长期有效性。例如大多数的抛光成分和某些肥皂含有分子量较大的蜡质，通常会导致背景噪声升高，信号响应下降。化学试剂会对离子源的表面化学起负作用，甚至增加化学活性。

基于多年的实际经验，本技术概述说明了一个简便可行的方法来清洗和重新安装5973和5975电子轰击惰性离子源(EI)、电子轰击标准离子源和化学电离源(CI)。

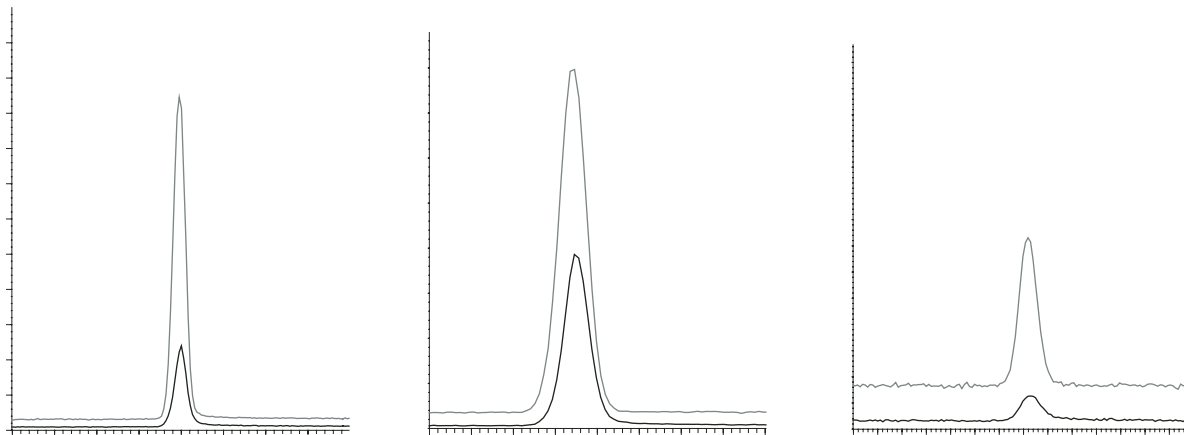


图1. 清洗离子源前（图中下面的谱线）后（上面的谱线），乙基谷硫磷（左）和内吸磷异构体（右）的RTIC重叠图

预防安全措施

像所有涉及可燃或潜在有毒化学试剂的实验室工作一样，清洗离子源需要采取相应的预防安全措施。

所有的试剂，玻璃容器和锡纸必须是洁净无污染的，清洗过程中需要进行必要的更换。

开始清洗之前，消耗品，例如灯丝，或备件；如推斥极陶瓷片都应该事先准备好。

清洗程序

按照硬件说明书和所附的录像（参考Agilent 5973和5975系列质谱仪硬件用户信息DVD）拆卸离子源。重要的是所有陶瓷片、入口和离子聚焦镜绝缘体，离子加

热块，所有的螺母和灯丝都应该放置在一张干净，无纤维材料（例如经过溶剂洗涤的或火焰处理过的锡纸）上，并且避免与任何溶剂接触（参考图2）。将金属元件分离开来有助于更加容易地清洗离子源（参考图2和图3）。

过去，砂纸被推荐用于清洗离子源。此方法仍然适用于Agilent 5971和5972 MSD系列，但是不推荐用于清洗5973和5975 MSD系列的新型离子源。而是要用以下程序清洗5973和5975系列质谱仪离子源。

1. 向少量超细粉中加入去离子水，将超细铝粉调成均匀而浓稠的浆状（参考图4）。
2. 用棉签将少量的超细铝粉浆状物涂在金属组件表面。摩擦去除表层附着材料后，可获得光洁的金属表面。

清洗EI和CI离子源源体时，清洗灯丝孔也很重要。使用木质的牙签将超细铝粉浆状物涂在孔中，在离子源清洗程序结束之前再将灯丝孔中的超细铝粉浆状物清除掉。

最容易受污染的部件有离子源源体、推斥极和拉出极透镜。清洗这些部件时需要格外小心。

3. 用去离子水冲洗所有部件。尽可能将超细铝粉清除干净。

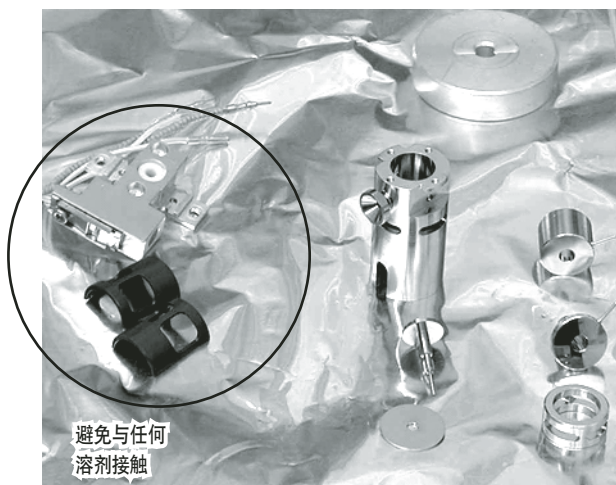


图2. 拆卸EI离子源部件

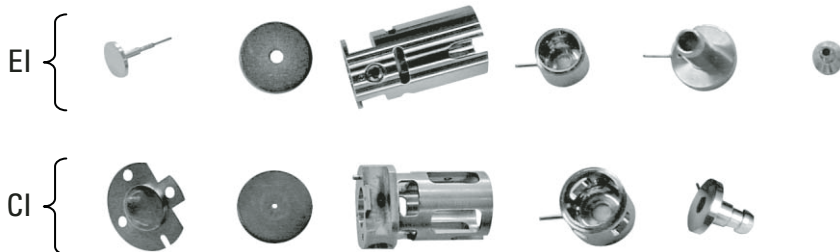


图3. 待清洁的EI和CI金属组件

- 将冲洗后的部件全部放在烧杯中，加入去离子水浸没所有部件，超声清洗5分钟。步骤4，5，6和7参考图5。
- 使用金属镊子将部件从装有水的烧杯中小心地取出来，浸入一个装有甲醇（农残或HPLC级）的烧杯中。超声清洗5分钟。
- 使用金属镊子将部件从装有甲醇的烧杯中小心地取出来，浸入一个装有丙酮（农残或HPLC级）的烧杯中。超声清洗5分钟。



图4. 超细铝粉和浆状物

- 使用金属镊子将部件从装有丙酮的烧杯中小心地取出来，浸入一个装有己烷（农残或HPLC级）的烧杯中。超声清洗5分钟。
- 使用金属镊子将部件从装有己烷的烧杯中小心地取出来，放置在一张干净的锡纸或无纤维的纸巾上。按照说明书认真组装各个部件。检查灯丝，若发现破损，立即更换。认真检查推斥极上的陶瓷片，确保无裂痕，通常由于被拧得太紧而导致裂痕。
- 立即重新将离子源安装回质谱仪。不需要将离子源放入柱温箱中烤，经过丙酮清洗后，离子源应该非常干燥，经过迅速挥发的己烷清洗后，离子源应该不带有有机物。只有您使用的清洁溶剂中的残留物可能残留，这就是要求使用高纯度溶剂的原因。

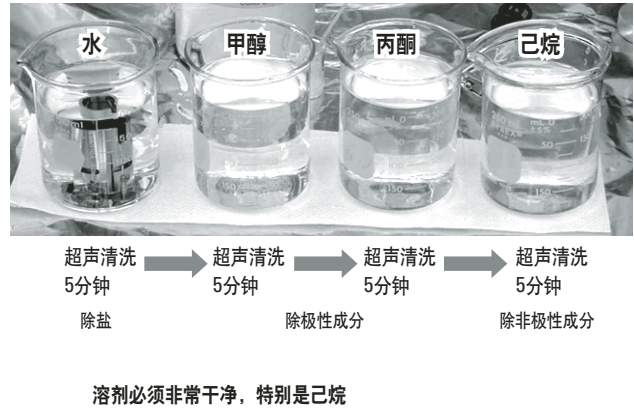


图5. 离子源清洗顺序

重新安装程序

安装GC色谱柱之前，应当断开质谱仪老化色谱柱，然后再连接到质谱仪的传输线上。穿入传输线后，应当将色谱柱柱头切去一部分，再往回拉直至传输线接口端仅露出1 mm（图6）。拧紧传输线隔垫直到听见两声咔咔声。切记，加热后传输线隔垫需要再次拧紧。传输线隔垫需要经常检查，当传输线循环往复地升降温，传输线隔垫是漏气的主要原因。另一个方法是使用SiTite金属隔垫（部件号：5184-3569用于0.2至0.25 mm内径色谱柱）。这些隔垫必须要小心地拧紧。正确安装后，隔垫会形成一个稳定的密封环境即使升温以后都不再需要调整。

离子源只有在达到一定的真空度后才能开始升温。这就意味着需要确认不漏气以及水分降低。漏气或高水背景下加热离子源至操作温度会活化离子源，特别是将清洗离子源的努力付之一炬。更好的方法是对离子源、四极杆、气相色谱区抽真空冷却（例如：设置为0 °C），等待20分钟，检查系统。

- 是否真空表上的压力指针开始下降？（或者前级真空管线压力朝着操作设定值降低？）
- 然后，如果压力看上去正常，进入手动调谐面板检查空气和水分的值（图7）。如果氮气（28 m/z）下降到<25,000 counts，系统可视作为气密。水分会继续缓慢下降并且系统在高温下烘烤。
- 上载分析方法。

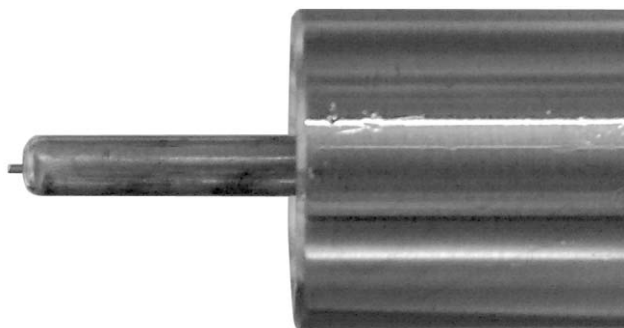


图6. 在质谱仪上安装和老化色谱柱。往回拉色谱柱直到在接口端仅露出1 mm

此方法的原则在于如果系统漏气，仪器区域仍然在常温状态，用户可以立即进行故障排除而无须等待系统冷却。

分析器的烘烤

一个非常有益的宏命令可以烘烤离子源和四极杆，以降低水分背景来改善调谐和数据采集性能。这就要求调谐参数可以使用更高的离子源温度，设置到高温上

限：离子源300 °C，四极杆200 °C（在手动调谐面板或离子源温度面板设置），然后保存（图8）。

此宏命令的名字是"Bake.mac", 从命令行键入<Enter>。用户需要输入烘烤温度和烘烤程序（参考图8）。

宏命令Bake.mac应当被上载位于\msdchem\msexe目录下。此宏命令要求用MSD化学工作站G1701DA rev D03或更高版本。

如果在上述目录下找不到此宏命令，用户可以到安捷伦网站上以用户注册，并获取用户名和密码后，注册号即可下载。更详细的介绍请参考以下内容。

自动烘烤和性能检测

使用宏命令Bake.mac可以使分析器烘烤程序自动化。用户首先对系统开始抽真空，检查确保系统不漏，上载方法和该检查程序。通常Checkout.M用于维修服务后对于仪器性能进行确认。此宏命令如图9所示的逐行进行，检查序列如下：

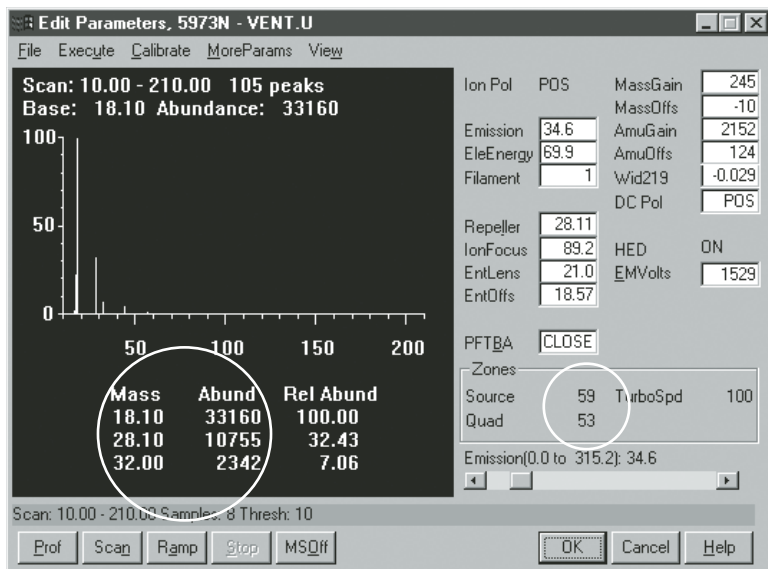
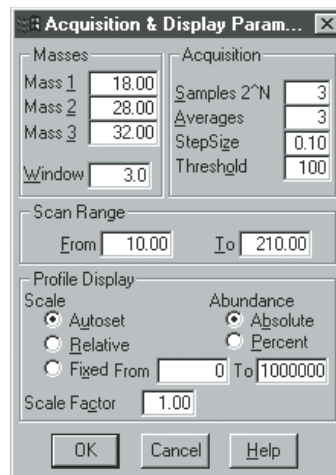


图7. 抽真空背景检查



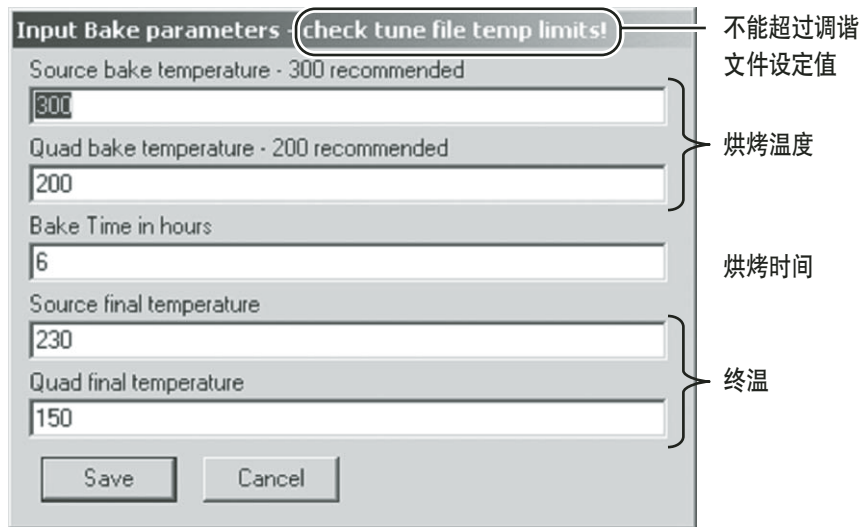


图8. 手动烘烤离子源和四极杆。添加文件C:\MSD-CHEM\MSEXE\Bake.mac 命名为“Bake.mac”，<Enter>键确认

1. 调出Bake.mac宏命令，设置离子源和四极杆的烘烤温度，以及以小时计的烘烤时间为离子源烘烤温度，四极杆烘烤温度和烘烤时间。图中显示离子源以300 °C烘烤，四极杆以200 °C烘烤，烘烤8小时。
2. 离子源和四极杆降到上载的调谐方法中设定的温度后，执行自动调谐。
3. 进样方法性能评估标样两次。

用户可以检查调谐报告中空气和水分指标和性能标样的数据文件，确认系统可以在用户所要求的分析指标中正常运行。

从安捷伦网站上下载宏命令的方法

登录<http://www.chem.agilent.com/cag/servsup/softdocs/ssbMain.html?anch=MS>. 用户需要在网站上注册，获得用户名和密码后方可下载。用户必须使用有效的MSD高效化学工作站注册号。然后进入MSD。

	Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString
1	Keyword			Command		BAKE 300,200,8
2	Keyword			Tune		AUTO
3	Sample	1	Checkout standard	CHECKOUT	Checkout1	
4	Sample	1	Checkout standard	CHECKOUT	Checkout2	
5						
6						
7						
8						
9						
10						

1. 调出Bake.mac宏命令
离子源烘烤温度，四极杆烘烤温度和烘烤时间
该例中，离子源300，四极杆200，烘烤8小时
2. 执行自动调谐
- 3-4. 使用Checkout.M方法分析标样

图9. 抽真空序列：Checkout.S

更多详细信息

如需安捷伦产品和服务的更多信息，敬请登录
www.Agilent.com/chem/cn。

安捷伦科技公司对本材料可能存在的偏差或由于执行或使用本材料的相关内容而导致的意外伤害和问题将不承担任何责任。

本资料中的信息，说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技有限公司，2006

中国印刷
2006年12月11日
5989-5974CHCN